

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 09-087700

(43)Date of publication of application : 31.03.1997

---

(51)Int.Cl.

C11D 17/06

B01F 17/08

C11D 1/28

---

(21)Application number : 07-263563

(71)Applicant : LION CORP

(22)Date of filing : 18.09.1995

(72)Inventor : IKEDA EISAKU  
TANAKA HITOSHI  
OOWAKU YOSHIARI  
KUBO TOMOKI

---

## (54) PARTICLES OF HIGH-CONCENTRATION DETERGENT AND PRODUCTION OF GRANULAR DETERGENT CONTAINING THE SAME

### (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain particles containing a high-concentration of  $\alpha$ -sulfofatty acid ester of high fluidity and good solubility and obtain a high-concentration detergent which contains a high concentration of  $\alpha$ -sulfofatty acid ester without restriction of the degree of freedom on blending amount of the  $\alpha$ -sulfofatty acid ester and shows good solubility.

SOLUTION: Powder particles of a surfactant containing a high concentration of  $\alpha$ -sulfofatty acid ester and  $\leq 10$ wt.% water content and having an average particle size of  $200-1,000\mu\text{m}$  are coated with a water-insoluble, fine-particle powder with a average particle size of  $\leq 10\mu\text{m}$  in an amount of  $1-15$ wt.% based on the powder particles to prepare the objective particles of high-concentration surfactant. The particles and detergent components are mixed, then granulated by kneading and crushing granulation or by stirring granulation or by powder mixing to give the objective granular detergent.

---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平9-87700

(43) 公開日 平成9年(1997)3月31日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
G 1 1 D	17/06		C 1 1 D	17/06
B 0 1 F	17/08		B 0 1 F	17/08
C 1 1 D	1/28		C 1 1 D	1/28

審査請求 未請求 請求項の数2 F D (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平7-263563

(22) 出願日 平成7年(1995)9月18日

(71) 出願人 000006769

ライオン株式会社

東京都墨田区本所1丁目3番7号

(72) 発明者 池田 栄作

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

(72) 発明者 田中 斉

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

(72) 発明者 大和久 善有

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

(74) 代理人 弁理士 白村 文男

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 高濃度界面活性剤粒子およびそれを含有する粒状洗剤の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 流動性に優れ溶解性の良好な $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を高濃度に含有する粒子を得る。また、この粒子を用いることにより、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩の配合量の自由度に制行を受けることなく、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を高濃度に含有し溶解性の優れた高濃度洗剤が得る。

【解決手段】  $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を高濃度に含有し、水分含有量10重量%以下で、平均粒径200~1000 $\mu$ m以下の界面活性剤の粉粒体を、この粉粒体に対して1~15重量%の量の平均粒径10 $\mu$ m以下の水不溶性微粉体でコーティングして高濃度界面活性剤粒子を製造する。この高濃度界面活性剤粒子と洗剤成分とを、捏和、破碎造粒法または攪拌造粒法により造粒するか、或いは粉体混合して粒状洗剤を製造する。

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】  $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を高濃度に含有し、水分含有量 10 重量%以下で、平均粒径 200～1000  $\mu\text{m}$ 以下の界面活性剤の粉粒体を、この粉粒体に対して 1～15 重量%の量の平均粒径 10  $\mu\text{m}$ 以下の水不溶性微粉体でコーティングすることを特徴とする高濃度界面活性剤粒子の製造方法。

【請求項 2】 請求項 1 で得られた高濃度界面活性剤粒子と洗剤成分とを、捏和、破碎造粒法または攪拌造粒法により造粒するか、或いは請求項 1 で得られた高濃度界面活性剤粒子と他の粒状洗剤成分とを粉体混合することを特徴とする粒状洗剤の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、流動性に優れ、溶解性が良好な  $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を高濃度に含有する粉粒体を製造する方法に関し、また、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩の配合量の制約を受けることなく、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を高濃度に含有し溶解性の良好な粒状洗剤を製造する方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を含有した高濃度洗剤の製造方法として、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を含有する洗剤組成物を捏和、混合したのちに解砕し、ついで、水不溶性微粉体でコーティングする方法

(特開昭 62-597 号公報、特開平 2-103297 号公報) 等がある。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】しかし特開昭 62-597 号公報及び特開平 2-103297 号公報の方法では、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩の含有量が 30 重量%以上になると、製造時に粉体物性が劣化して製造が困難になるという欠点があった。また、水に対する溶解性が十分でないという問題があった。本発明は、流動性に優れ溶解性の良好な  $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を高濃度に含有する粉粒体を提供する。本発明は、また、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩の配合量の自由度に制御を受けることなく、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を高濃度に含有し溶解性の良好な粒状洗剤を提供する。

## 【0004】

【課題を解決するための手段】 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を高濃度に含有し溶解性の優れた高濃度洗剤を製造する方法について鋭意研究した結果、流動性に優れ溶解性の良好な  $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を高濃度に含有する粉粒体を用いることにより解決できることを見出し、さらにこのように粉粒体粒子の開発に成功した。すなわち、本願の第 1 の発明である高濃度界面活性剤粒子の製造方法は、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を高濃度に含有し、水分含有量 10 重量%以下で、平均粒径 200～1000  $\mu\text{m}$ 以下の界面活性剤の粉粒体を、この粉粒

体に対して 1～15 重量%の量の平均粒径 10  $\mu\text{m}$ 以下の水不溶性微粉体でコーティングすることを特徴とする。

【0005】また、本願の第 2 の発明である粒状洗剤の製造方法は、上記で得られる高濃度界面活性剤粒子を、他の洗剤成分とともに捏和・破碎造粒法または攪拌造粒法により造粒するか、あるいは他の洗剤成分と粉体混合することを特徴とするものであり、これにより  $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩の配合量の自由度に制御を受けることなく、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を高濃度に含有し溶解性の優れた高濃度洗剤が実現できる。

## 【0006】

【発明の実施の形態】本発明では、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を高濃度に含有する界面活性剤の粉粒体を、水溶性微粉体でコーティング処理して高濃度界面活性剤粒子を製造する。 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩としては、飽和または不飽和の脂肪酸残基の炭素数が 10～18、エステルアルキル基の炭素数が 1～5 であるものが好ましい。また、塩としてはナトリウム塩等の水溶性塩であればいずれでもよい。

【0007】 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩は粉粒体中に 50 重量%以上配合されていることが好ましく、より好ましくは 60～85 重量%配合される。また、粉粒体中に非イオン界面活性剤を配合して、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩と非イオン界面活性剤との混合物として粉粒体を形成することが好ましい。粉粒体中への非イオン界面活性剤の配合量は、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩に対して 30 重量%以下とすることが好適であり、より好ましくは 5～25 重量%とする。粉粒体中に適正量の非イオン界面活性剤を配合することにより、粉粒体の溶解性が改善される。

【0008】非イオン界面活性剤として、平均炭素数が 8～40、好ましくは 8～18 のアルキル基またはアルケニル基を有し、1 分子内に平均 25 モル以下のオキシエチレンを付加したポリオキシエチレンアルキルエーテルが好適である。さらに、粉粒体中には、原料  $\alpha$ -スルホ脂肪酸アルキル塩スラリー中に含まれる不純物、添加成分等の他の成分も本願発明の効果を損なわない範囲で含まれていてもよい。このような界面活性剤の粉粒体は、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩スラリーに必要に応じて非イオン界面活性剤等を添加した後に、濃縮、乾燥化して粉碎することにより得られる。

【0009】 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩スラリーの乾燥方法として、従来一般に採用されている噴霧乾燥法では、装置内にほとんどが付着する問題があるので、掻き取り装置付きの乾燥装置が好ましい。また、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩は、熱により加水分解を受けやすいので、比較的低温で乾燥できる真空の薄膜蒸発装置が好適である。

【0010】 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を高濃度に含

有する乾燥物（粉粒体）の水分含有量は、10重量%以下、好ましくは8重量%以下とする。この値が10重量%を超えると、粉粒体の解砕時に解砕機内への付着が著しくなり、解砕機内で溶融化するため連続運転が困難になる。上記の乾燥物は70℃以上であると粘着性のあるペースト状態であるので、粉碎に先だって冷却固化を施す必要がある。冷却固化温度としては70℃以下、好ましくは40℃以下、より好ましくは25℃以下である。乾燥物の冷却器は直接冷却方式、間接冷却方式のいずれも使用できる。

【0011】このように粉碎原料を調整した後に、既知の粉碎機にて粉碎を施す。その際、粉碎機への付着を防止するため、ゼオライトの微粉を粉碎助剤として添加することもできる。さらに粉碎品の物性上、25℃以下の冷却気流中で粉碎することがより好ましい。粉碎する際、粉粒体の平均粒径が200～1000 $\mu$ mになるように調整を施す。粉粒体の平均粒径が1000 $\mu$ mを超えると粉粒体自体の水に対する溶解性が悪くなり、また、平均粒径を200 $\mu$ m未満すると流動性が悪くなる。

【0012】後に、上記の粉粒体を、平均一次粒径10 $\mu$ m以下、好ましくは5 $\mu$ m以下の水不溶性微粉体でコーティングを施すことにより、本発明の高濃度界面活性剤粒子が得られる。この際、粒径が大きすぎると均一にコーティングされず、その結果、粉粒体の流動性が改善されない。コーティング装置としては、転動式、流動層式、混合式などのいずれを用いてもよい。コーティングに際しての水不溶性微粉体の添加量は、粉粒体に対して1～15重量%、より好ましくは5～12重量%である。

【0013】水不溶性微粉体の具体的な例としては、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、A型ゼオライトなどのアルミノ珪酸塩、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウム、ケイ酸マグネシウム、二酸化ケイ素（ホワイトカーボン）、二酸化チタンなどが挙げられるが、平均粒径10 $\mu$ m以下、好ましくは5 $\mu$ m以下のイオン交換能力を有するゼオライトが好適である。

【0014】 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩の粉粒体をコーティングすることにより、粉粒体粒子間の付着が抑制され、保存によるブロッキングが防止される。また、微粉体のコーティングにより表面物性が改善され、粉粒体の輸送時などに極めて良好であるとともに、余剰の水分が粒子内にとどまり溶解性が改善される。上記の粉粒体は、乾燥時に剪断力を受けているため、嵩密度が0.4g/cc以上と高く、高嵩密度粒状洗剤を製造するのに好適であり、また、貯蔵、輸送時の容量が小さいため輸送経費削減にも効果がある。

【0015】本発明により得られた界面活性剤粉体は、そのまま衣料用粒状洗剤組成物用などの活性剤原料として市場に供給することもできる。また、上記で本発明に

より得られた $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を高濃度に含有する粉粒体と、他の洗剤成分とを共に造粒、または粉体混合し粒状洗剤とすることができる。

【0016】他の洗剤成分としては、陰イオン界面活性剤、非イオン界面活性剤、イオン交換能力のあるビルダー、アルカル性ビルダー、再汚染防止ビルダー、中性ビルダー等、洗剤成分として公知のもの全て使用できる。また添加剤として、香料、蛍光剤、着色剤も配合できる。これら各成分は、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩の粉粒体とともに、造粒時に添加してもよく、また噴霧乾燥した乾燥粒子とともに、造粒時に添加しても良い。

【0017】造粒方法は特に限定されないが、例えば捏和後粉碎により造粒する方法と撈拌造粒による方法が挙げられる。捏和装置としては、連続式ニーダー（KRCニーダー：栗本鉄工所社製）、バッチ式ニーダー（縦型ニーダー：DALTON社製）等が挙げられ、粉碎機としてはフィッミル（ホソカワミクロン社製）、スピードミル（岡田精工社製）等が挙げられ、粉体化品の場合と同様に粉碎の際に粉碎助剤を用いることでより効率的に粉碎できる。この助剤の種類としては平均粒径20 $\mu$ m以下の無機粒子が好ましく、ゼオライト、炭酸ナトリウム、ホワイトカーボン等の微粒子シリカなどが用いられ、助剤量としては濃縮品100重量部に対して1～20重量部が好ましく、2～10重量部がより好ましい。

【0018】撈拌造粒機としては、レーディゲミキサー（マツボー社製）、シュギミキサー（パウレック社製）、ハイスピードミキサー（深江工業社製）等が挙げられる。これらの造粒処理により、嵩密度0.5g/cc以上の高嵩密度（高濃度）洗剤が得られる。

【0019】また、各洗剤成分、噴霧乾燥した乾燥粒子は単独で造粒、整粒し、後に $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩の粉粒体と粒体混合しても良い。その時の嵩密度は0.5g/cc以上が好ましい。高濃度洗剤を製造した直後に、流動性改良剤として、粒径10 $\mu$ m以下の微粉ゼオライトを添加することも可能である。さらに高濃度洗剤に対して、洗浄性能向上剤である酵素等を粉体ブレンドすることも可能である。

#### 【0020】

【発明の効果】流動性に優れ溶解性の良好な $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を高濃度に含有する粒子が得られる。また、この粒子を用いることにより、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩の配合量の自由度に制行を受けることなく、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩を高濃度に含有し溶解性の優れた高濃度洗剤が得られる。

【0021】本発明の実施の態様としては、以下のものを挙げることができる。

#### 実施の態様 1

請求項1に記載の界面活性剤の粉粒体が、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩と非イオン界面活性剤との混合物からなり、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩に対して30重量%以

下の非イオン界面活性剤を含有する請求項1に記載の高濃度界面活性剤粒子の製造方法。

【0022】

【実施例】

実施例1、2（高濃度界面活性剤粒子の製造）

固形分65重量%の $\alpha$ -スルホ脂肪酸（C=14～16）、メチルエステルナトリウム塩（ $\alpha$ -SF）水溶液と固形分92重量%の非イオン界面活性剤とを用い、 $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩に対して12重量%の非イオン界面活性剤を添加した混合液を、真空の回転薄膜形式蒸発装置（ハイエバレータ、櫻製作所製、伝熱面積：0.14m<sup>2</sup>）に導入し、濃縮・乾燥を行った。その際の乾燥物の水分量を表1に示す。

【0023】ついで、薄膜形式蒸発装置によって、得られた乾燥物をドラムフレーカー（玉川マシナリー製、0.5m<sup>2</sup>）に導入し、冷却・フレーク化した。さら

に、ドラムフレーカーによって得られたフレークをスピードミル（岡田精工製）に投入し粉碎した。この時の粉粒体の平均粒径は表1に示す。

【0024】次に、得られた粉粒体をA型ゼオライト微粉を用いて表1に示す量でコーティングをし、本発明および比較用の高濃度界面活性剤粒子を製造した。上記の、乾燥品の水分、コーティング量を変えて比較し、実験結果を表1に示す。ここで、粒子の溶解性は、以下の通りに試験した。

【0025】（溶解性試験）ビーカーに25℃の水を1リットル入れ、この中の電導度測定用セルを挿入する。ついで、水中に表1の粒子を1g添加し、定速スターラーを用い250rpmの速度で攪拌し、添加した粒子が90%溶解する時間（秒）を測定した。

【0026】

【表1】

表1：乾燥物、粉粒体および粒子の性状、性能

	実施例		比較例		
	1	2	1	2	3
（乾燥物）					
$\alpha$ -SF分(%)	83.0	79.0	79.0	72.4	83.0
水分(%)	1.7	3.9	3.9	12.0	1.7
（粉粒体）					
粉粒体の平均粒径( $\mu$ m)	500	400	400	粉	1500
コーティング量(重量%)	6	8	0	碎	6
コーティング品粉温(℃)	22	23	23	出	22
（粒子）					
安息角(度)	50	45	80	来	50
粒子の流動性	○	○	×	ず	○
嵩密度(g/cc)	0.55	0.57	0.57		0.55
溶解性(秒)	55	45	45		180

【0027】比較例1は、粒子の流動性が悪く、また粒子間の付着が激しく保存性が悪い。比較例2は、粉碎時に粉粒体が溶融化、装置内の付着が激しく粉碎が出来なかった。

実施例3～7（高濃度粒状洗剤の製造）

1）実施例3、4として、実施例2の高濃度界面活性剤粒子を、表2の洗剤成分を噴霧乾燥した乾燥粒子とともに捏和造粒、攪拌造粒を行った。その際、最終洗剤の水分含有量が7重量%になるように水で調整を施した。後に、粉碎または整粒をし、ゼオライト微粉体でコーティングし洗剤にした実験結果を表3に示す。

【0028】なお、表3中の溶解性（布付着）は以下のようにして評価した。

・溶解性（布付着）の評価方法

洗濯機（うず巻型、反転型）を使用し、水道水及び濃色の木綿シャツを用いた。液量30L、浴比1：30、温度10℃の水道水に被洗布を浸した後、洗剤組成物を50gをふりかけ、その後5分間洗浄した。洗濯終了後、被洗布を1分間脱水したのち、洗剤組成物の布への付着

性を次の基準で評価した。

A：付着物を認めない。

B：付着物を極くわずかに認める。

C：付着物を認める。

【0029】2）実施例5、6として、実施例2の高濃度界面活性剤粒子を、表2の洗剤成分とともに捏和造粒、攪拌造粒を行った。その際、最終洗剤の水分含有量が7重量%になるように水で調整を施した。後に、粉碎または整粒をし、ゼオライト微粉体でコーティングし洗剤にした実験結果を表3に示す。

【0030】3）実施例7として、表2の洗剤成分を造粒した。その際、最終洗剤の水分含有量が7重量%になるように水で調整を施し、後に、実施例2の高濃度界面活性剤粒子と混合し、ゼオライト微粉体でコーティングを施し洗剤にした実験結果を表3に示す。

【0031】4）比較例4として、比較例3の高濃度界面活性剤粒子を、表2の洗剤成分とともに攪拌造粒を行った。その際、最終洗剤の水分含有量が7重量%になるように水で調整を施した。後に、整粒をしゼオライト

微粉体でコーティングを施し洗剤にした実験結果を表 3 に示す。

5) 比較例 5 は比較例 4 と同様の方法で、配合比を変えて捏和造粒を行なった。その結果を表 3 に示す。

【0032】

【表 2】

表 2：他の洗剤原料の組成

他の洗剤組成物 重量%

AOS-K\*1 5.0

石鹼\*2 21.0

ゼオライト 42.0

炭酸ナトリウム 16.0

炭酸カリウム 11.0

亜硫酸 5.0

\*1) 炭素数 C14~C18 の  $\alpha$ -オレフィンスルホン酸カリウム

\*2) 炭素数 C16~C18 の脂肪酸ナトリウム

【0033】

【表 3】

表 3：粒状洗剤の組成、製法、性状、性能

	実 施 例					比 較 例	
	3	4	5	6	7	4	5
(組成wt%)							
$\alpha$ -SF 粉 (重量%)	40	40	50	50	60	50	40
他の洗剤成分 (重量%)	60	60	50	50	40	50	60
使用粒子	実施例 2	実施例 2	実施例 2	実施例 2	実施例 2	比較例 3	比較例 3
造粒方法	捏和	攪拌	捏和	攪拌	混合	攪拌	捏和
製造性	○	○	○	○	○	○	×
平均粒径 ( $\mu$ m)	550	530	560	550	500	540	570
嵩密度 (g/cc)	0.86	0.82	0.87	0.85	0.80	0.81	0.78
安息角 (度)	45	45	45	45	45	45	70
溶解性 (布付着)	A	A	A	A	B	C	C

比較例 4 では  $\alpha$ -スルホ脂肪酸エステル塩粉粒体の溶解残りが有り、溶解性が悪かった。比較例 5 では、造粒物

性が劣化し、製造が困難であった。

フロントページの続き

(72) 発明者 久保 知己

東京都墨田区本所 1 丁目 3 番 7 号 ライオン株式会社内